

Tagungsbeiträge zu: DBG Jahrestagung
Titel der Tagung: Böden verstehen – Böden nutzen – Böden fit machen
Veranstalter: DBG, Kommission II, 3.-9. September 2011, Berlin
Berichte der DBG (nicht begutachtete online Publikationen)
<http://www.dbges.de>

Messung von Schwermetallen und Hauptelementen in anthropogen geprägten Böden mittels feldportabler Röntgenfluoreszenzanalyse (FP RFA)

Repmann, F.¹, Hirsch, F.², Tingwey, I. G.¹ und Raab, T.²

Schlüsselworte: Schwermetalle, Röntgenfluoreszenzanalyse, in-situ-Messung, Rieselfelder

1. Kurzfassung

Der Einsatz eines feldportablen Röntgenfluoreszenzanalysators (FP RFA) vom Typ NITON XL3t, zur Messung von Schwermetallen und Hauptelementen in Bodenproben wurde am Beispiel eines ehemaligen Rieselfelds untersucht. Die Gegenüberstellung der RFA Daten zu nasschemisch gewonnenen Messwerten zeigte insbesondere für die Elemente Kupfer, Blei und Zink eine starke Korrelation zwischen beiden Datensätzen. Die Elemente Calcium, Kalium, Phosphor und Magnesium konnten im untersuchten Messwertbereich nicht befriedigend analysiert werden. Die in-situ Messung ergab mit Labordaten vergleichbare Messwerte und Messwertverteilungen, wenngleich im Feld z.T. deutlich höhere Metallgehalte

¹Brandenburgische Technische Universität Cottbus, Lehrstuhl Bodenschutz und Rekultivierung, Konrad-Wachsmann-Allee 6, 03046 Cottbus, Deutschland
e-mail: repmann@tu-cottbus.de

²Brandenburgische Technische Universität Cottbus, Lehrstuhl für Geopedologie und Landschaftsentwicklung, Konrad-Wachsmann-Allee 6, 03046 Cottbus, Deutschland.

bestimmt wurden.

2. Einleitung

Der Einsatz eines feldportablen Röntgenfluoreszenzanalysators (FP RFA) zur Messung von Schwermetallen und Hauptelementen in Bodenproben wurde am Beispiel eines ehemaligen Rieselfelds in Neuruppin, Landkreis Ostprignitz-Ruppin, Brandenburg untersucht. Zum Einsatz kam ein NITON XL3t von Thermo SCIENTIFIC. Ziele der Messungen waren:

- Überprüfung der RFA-Messergebnisse an vor Ort gewonnenen Bodenproben im Labor durch Gegenüberstellung zu nasschemisch gewonnenen Daten und
- Untersuchung der Aussagekraft und Richtigkeit von in-situ Messungen im Vergleich zu Labormessungen.

3. Methodik

Am Standort Neuruppin wurden die Probenahmepunkte bzw. die in-situ RFA-Messpunkte mittels GPS eingemessen. Die Fläche, ca. 1.300 m² (Abb. 1, gelber Bereich), wurde in einem Teilbereich mit einem Raster von 2 m x 2 m (n = 90 Proben, blauer Bereich) vermessen und beprobt.



Abbildung 1: Untersuchungsfläche Neuruppin.

Die in-situ RFA-Messung erfolgte durch Aufsetzen des XL3t auf die vorgesehenen

Rasterpunkte (Abb. 2) nach Entfernung von Vegetation und Streu. Die Messdauer betrug 90 s pro Punkt.

Die am Standort entnommenen Bodenproben (0 - 2 cm Tiefe) wurden getrocknet (40°C), gesiebt (< 2 mm) und aufgemahlen (< 0,063 mm). Für die RFA-Messung im Labor wurden ca. 6 g der fein vermahlene Probe in PE-Cups überführt und mit Mylar-Folie verschlossen.



Abbildung 2: Feldmessung und Labormessung mit Probenkammer.

Die RFA-Messung erfolgte im Labor in einer Probenkammer mittels XL3t (Abb. 2) durch die Mylar-Folie. Die Messdauer betrug 90 s pro Probe.

Ein Aliquot der fein vermahlene Bodenprobe wurde mit Königswasser aufgeschlossen und anschließend mittels Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-AES) analysiert. Dabei wurden die Elemente Cu, Pb und Zn bestimmt.

Darüber hinaus wurden weitere, bereits vom Standort vorliegende Bodenproben (n = 60) aus dem Tiefenbereich von 0 bis 100 cm, in die RFA-Messung im Labor mit einbezogen. Bestimmt wurden hier außer Cu, Pb und Zn auch die Elemente Ca, K, Mg und P, jeweils mittels ICP und RFA.

4. Ergebnisse

Die Korrelation zwischen ICP- und RFA-Daten (Abb. 3), ermittelt an 150 Laborproben, ist für die Elemente Cu ($r = 0,98$), Pb ($r = 0,95$) und Zn ($r = 0,97$) im untersuchten Konzentrationsbereich (Cu: 5 – 1.370, Pb: 2 – 110, Zn: 5 – 300 jeweils in mg kg^{-1}) sehr hoch.

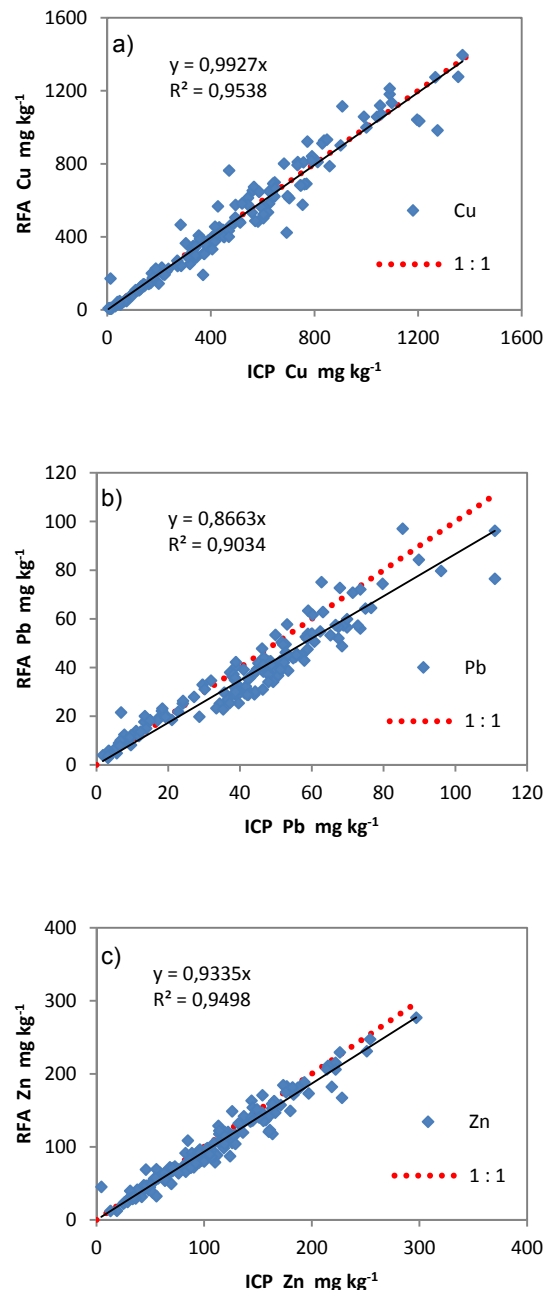


Abbildung 3: Gegenüberstellung der an Laborproben vorgenommenen Messungen mittels ICP (Abszisse) und RFA (Ordinate) für a) Kupfer, b) Blei und c) Zink.

Die Ca-Konzentrationen, dargestellt in Abbildung 4 (n = 60), werden mit Faktor 2,4 deutlich überschätzt und für die Elemente K und P wird im gemessenen Konzentrationsbereich von 0,5 bis 1,6 g kg^{-1} bzw. 0,3 bis 2,1 g kg^{-1} keine Korrelation gefunden. Magnesium (ICP: 0,3 bis 0,9 g kg^{-1}) konnte mit der RFA nicht nachgewiesen werden.

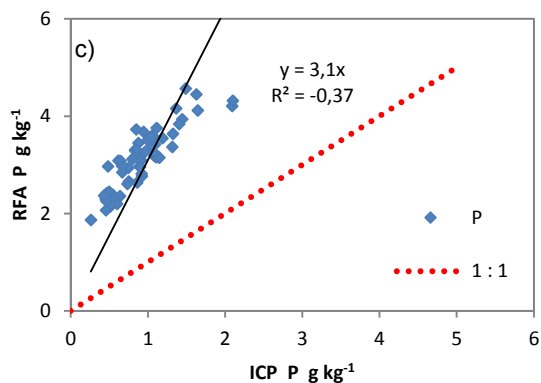
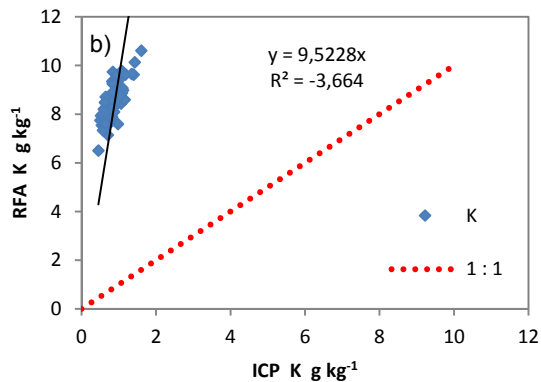
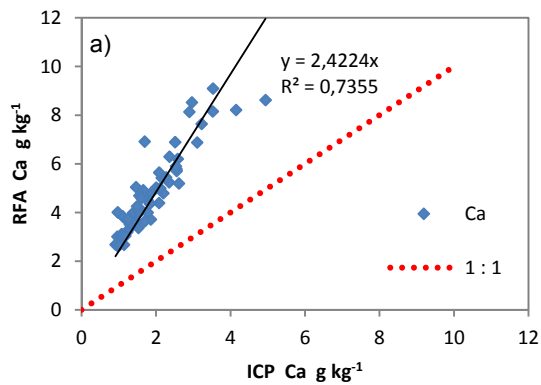


Abbildung 4: Gegenüberstellung der an Laborproben vorgenommenen Messungen mittels ICP (Abszisse) und RFA (Ordinate) für a) Calcium, b) Kalium und c) Phosphor.

Die flächenbezogene Darstellung der Cu-Konzentration (Abb. 5 und 6) liefert für die Verteilung des Elements und seine Konzentration eine sehr gute Übereinstimmung zwischen ICP- und RFA-Daten, die aus den Laborproben stammen.

Die Gegenüberstellung der RFA-Labormessung (Abb. 6) mit der RFA-Feldmessung (Abb. 7) zeigt sowohl

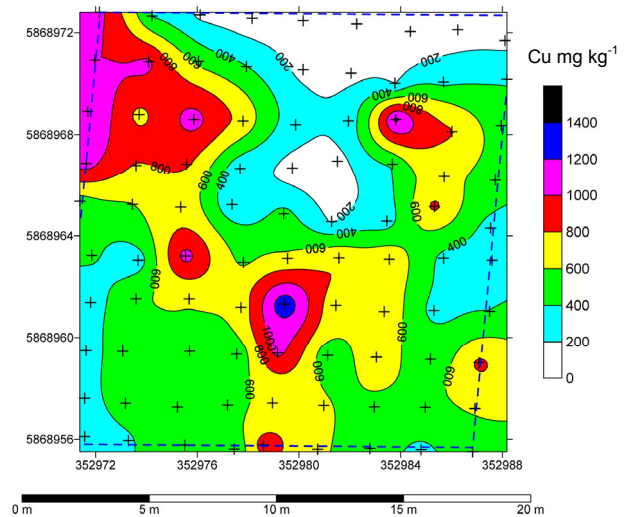


Abbildung 5: Räumliche Verteilung Cu aus ICP-Labordaten.

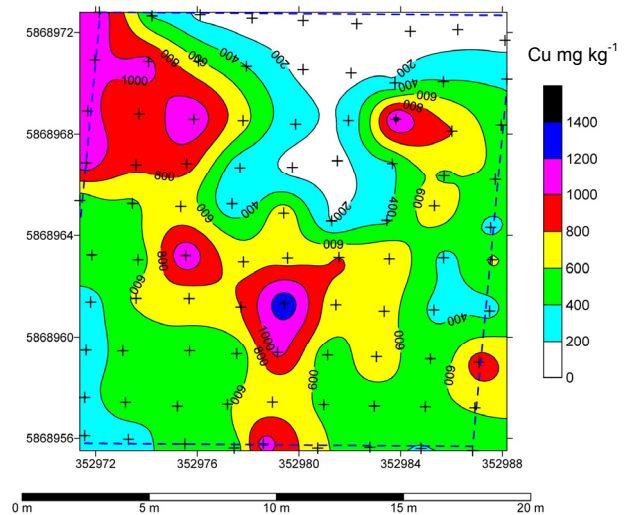


Abbildung 6: Räumliche Verteilung Cu aus RFA-Labordaten.

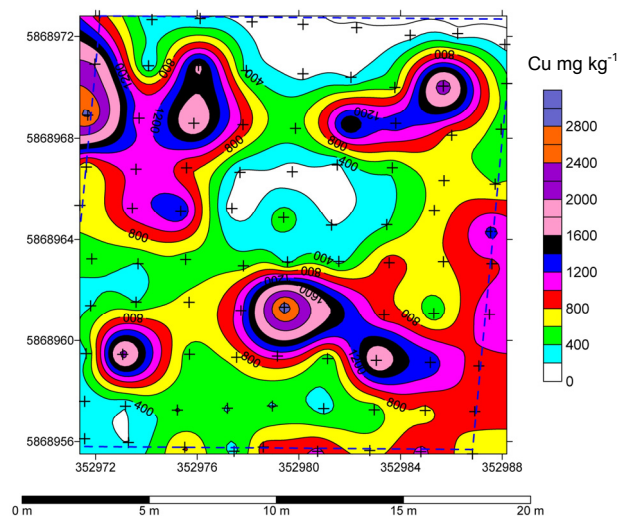


Abbildung 7: Räumliche Verteilung Cu aus RFA in-situ-Messung.

bezüglich der Verteilung, als auch hinsichtlich der Höhe der gemessenen Cu-Konzentrationen, beträchtliche Unterschiede zwischen beiden Datensätzen. Die in-situ Messung ergab insbesondere in Hot-Spot-Bereichen eine etwa um den Faktor 2 erhöhte Cu-Konzentration im Vergleich zur Labormessung. Als wahrscheinliche Ursachen hierfür sind zu nennen: (I) Die gemessenen Metallkonzentrationen nehmen am untersuchten Standort Neuruppin stark ($r = -0,87$ für Cu) mit der Bodentiefe ab, so dass die oberflächliche Messung tendenziell den Bodenbereich mit der höchsten zu erwartenden Konzentration erfasst; (II) Oberflächliche Anlagerungen von Metallen an die Matrix (Coatings) werden methodisch bedingt während der RFA-Messung überschätzt, da nur Oberflächen mit minimaler Eindringtiefe vermessen werden. Durch das Aufmahlen der Probe wird dieser Effekt unterdrückt.

che mit vergleichsweise geringer Konzentration (0 bis 400 mg Cu kg⁻¹ Boden) werden ebenfalls richtig dargestellt.

5. Zusammenfassung

Die Elemente Cu, Pb und Zn werden mittels FP-RFA an Laborproben im untersuchten Konzentrationsbereich (Cu: 5 – 1.370, Pb: 2 – 110, Zn: 5 – 300 jeweils in mg kg⁻¹) richtig bestimmt. Die flächenhafte Interpretation dieser Daten führt zu mit ICP-Daten sehr gut vergleichbaren Ergebnissen. Die Rohdaten liegen für das in Abbildung 6 dargestellte Untersuchungs-raster von $n = 90$ Proben mit FP-RFA nach einer Messzeit von nur ca. 3 h bereits vor.

Der Ca-RFA-Wert kann bei den hier untersuchten Proben (Ca: 0,9 – 4,9 g kg⁻¹) als Orientierungswert dienen. Die anderen beiden leichten Elemente K und P werden im untersuchten Konzentrationsbereich (K: 0,5 – 1,6 g kg⁻¹, P: 0,3 – 2,1 g kg⁻¹) mit FP-RFA stark überschätzt – eine Korrelation zu den ICP-Daten wird hier nicht gefunden.

Die in-situ Messung zeigte im Vergleich zur Laborprobe deutlich erhöhte Konzentrationen (bis Faktor 2) für die Elemente Cu, Pb und Zn. Hot Spots werden zu meist allerdings richtig erkannt und Berei-